



優先権	第一回の届名	第一回の出願日	出願番号
2000年4月20日 アメリカ合衆国	1976年5月6日	第54-1026号	
主張	19年月日第	号	

(請)

⑯ 日本国特許庁

## 公開特許公報

2000円  
(税込4,000)

## 特許願

特許庁長官 殿 昭和51年2月4日

## 1. 発明の名称

キュア可能な有機ポリシロキサン  
組成物

## 2. 発明者

居所 アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド、レオナード  
レーン 304  
氏名 ダーレル、デュアンヌ、ミッチエル (ほか1名)

## 3. 特許出願人

住所 アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド  
(番地なし)

名称 ダウ、コーニング、コーポレーション

(代表者) レスリー、ジュニア、タイラー

国籍 アメリカ合衆国 (ほか1名)

## 4. 代理人

居所 〒100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号  
新大手町ビルディング331  
電話 (211) 3651 (代表者)  
氏名 (6669) 代理社 深村 皓 (ほか3名)

51.2.5

51 011200 方式 小川  
出願第二課 審査

## 明細書

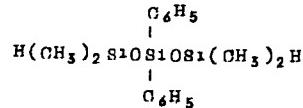
## 1. 発明の名称

キュア可能な有機ポリシロキサン組成物

## 2. 特許請求の範囲

(1) (a) 7.5 乃至 8.5 モル%  $C_6H_5SiO_1.5$  単位及び  
1.5 乃至 2.5 モル%  $CH_2=CH(CH_3)_2SiO_1.5$  単位を  
含む有機ポリシロキサン (該有機ポリシロキサン  
は分子当り平均少なくとも 8 硅素原子を有する)、

## (b) 式

の有機ポリシロキサン (該有機ポリシロキサンは  
シロキサン (b) 中に存在するビニル置換基 1 モル当  
り約 0.9 乃至 1.1 モルの  $\equiv SiH$  を与えるのに充分  
な量で混合物中に存在する)。(c) 白金触媒 ( $\equiv SiH$  と  $CH_2=CHSiH\equiv$ との付加反  
応を触媒活性化するのに充分な量で存在する)  
の混合物から本質的に成るキュア可能な組成物。

## 3. 発明の詳細な説明

⑪ 特開昭 51-107350

⑬ 公開日 昭51. (1976) 9.22

⑭ 特願昭 51-11200

⑮ 出願日 昭51. (1976) 2.4

審査請求 有 (全4頁)

序内整理番号

6Pf8 4f

⑯ 日本分類

2411D81

⑰ Int.CI<sup>2</sup>

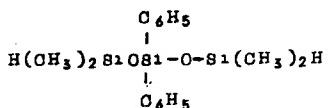
C08L 83/04

本発明は、キュア可能な有機ポリシロキサン組成物に関する。一つの観点では、本発明は改良された被覆用樹脂に関する。

置換有機基がメチル、フェニル、ビニル及び/  
又は他の有機基である有機シロキサン樹脂はよく  
知られている。これらの樹脂は、種々の機構によ  
つて、例えばビニル基を介する架橋によるか又は  
 $\equiv SiH$  基と硅素に結合したアルケニル基との白金  
触媒反応によりキュアされ、硬い不燃材料を形成  
する。これらの有機シロキサン樹脂の性質、例え  
ば剛性、高勝電容量、熱分解に対する抵抗性及び  
高温に於ける強度保持性が、これらを多くの異なる  
用途に有用ならしめている。

或る用途、例えば被覆電気線子及び電気モータ  
ー用コイルの被覆は、現在入手できる樹脂の用途  
としては非常に苛酷な環境を与える。この樹脂は、  
強烈でなければならず、しかも可撓性でありそし  
て繰り返し熱衝撃下それらの強度を保持しなけれ  
ばならない。同様に樹脂は、被覆中に泡及び/又  
は空隙の形成を避けるために、揮発分例えば溶媒

少なくとも 8 硅素原子を有する)、即式



の有機ポリシロキサン (該有機ポリシロキサンは、シロキサン中に存在するビニル置換基 1 モル当り 0.9 乃至 1.1 モルの  $\equiv\text{SiH}$  を与えるのに充分な量で混合物中に存在する)、及び(c)白金触媒 ( $\equiv\text{SiH}$  と  $\text{CH}_2=\text{CHSiH}\equiv$  との付加反応を触媒活性化するのに充分な量で存在する) から本質的に成るキュア可能な組成物が提供される。

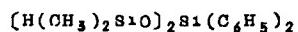
この組成物に於いては、有機ポリシロキサン(a)がベース樹脂であり、その組成は物理的性質の望ましい組合せを得るために臨界的である。共重合体中の 7.5 乃至 8.5 モル% のモノフェニルシロキシ含量及び 1.5 乃至 2.5 モル% のジメチルビニルシロキシ含量は、熱衝撃抵抗性を示す高強度可挠性キュア材料を得るために本質的である。好ましい態様では、共重合体は約 7.5 モル%  $\text{C}_6\text{H}_5\text{SiO}_{1.5}/_2$  単位及び約 2.5 モル%  $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{1.5}/_2$  単位を

## 3

含有する。このビニル-官能性シロキシ単位は樹脂中架橋点位 (site) として作用する。

このベース樹脂は、相当するクロロシラン類の加水分解及び縮合によつて容易に調製される。樹脂(b)の重合度について上限はないが、キュアされた組成物に物理的強度を得るのに分子当たり少なくとも 8 硅素原子の下限が必要である。この共重合体シロキサン(b)は低粘度液体シロキサン(b)に可溶な固体である。

組成物の架橋を与える水素官能性シロキサン(b)は、式



の特定の重合体である。この重合体は知られた架橋剤 (米国特許第 2,915,497 号参照) であり、そして上記ベース樹脂と組合せて用いられるときには、ここで記述する物性の特異な組合せのキュアされた組成物を与える。シロキサン(b)は 25°C で約 5 cS の粘度を有しそして樹脂(b)用の希釈剤として作用し 25°C で約 300 cS、乃至

## 4

200,000 cS より大きい粘度を有する化合物を与える。キュア可能な組成物中の水素-官能性シロキサン(b)の量は、樹脂(b)の量及び樹脂のビニル含量によつて変るが、しかしすべての場合組成物中のビニル置換基の 1 モル当り 0.9 乃至 1.1 モルの  $\equiv\text{SiH}$  を与えるのに充分なシロキサン(b)が存在する。最適架橋効果を得るために、 $\equiv\text{SiH}$  対ビニル置換基の比は約 1 : 1 であることが望ましい。

白金触媒(c)は、白金から担体上に沈着された白金、例えばシリカゲル又は粉末活性炭上の塩化白金、白金の塩及び塩化白金の範囲のいずれの形であつてもよい。これらの形のいずれのものも本発明のキュア可能な組成物中触媒として作用する。普通入手されるヘキサヒドラート又は無水酸いずれかとしての塩化白金は、シロキサン中のその容易な分散性及びキュア組成物の着色に影響がないために、好ましい触媒である。触媒として有用性を有する別の白金化合物は当業者によく知られている。

(b)、(d)及び(c)の合計重量の 1.00 万重量部当り

少なくとも 0.1 適量部の白金が存在すべきである。しかし、系内の不純物は少量の触媒を簡単に不活性化するので、1乃至20 ppm の白金を用いることが好ましい。更に多量の白金は反応に作用しないが、しかし経済的考慮から上記限界内の使用が示唆される。

本発明のキュア可能な組成物が電気部品の被覆として用いられるときは、その組成物が被覆中に空隙又は泡を形成する揮発分の蒸発なしにキュアすることが望ましい。空隙は、≡SiH としばしばベース樹脂(a)中に存在する SiOH との反応によつて生ずる。必要なときは、ヒドロキシル含量を受容れられる水準に、例えば本発明の好ましい態様に於いて規定される如く 1 もより少なく減らすために、このベース樹脂(a)はアルカリ縮合触媒、例えば水酸化ナトリウムと反応することができる。

熱安定充填剤を本発明のキュア可能な組成物に添加することができる。適した充填剤には、ガラス纖維、微粉シリカ、粉碎した石英、粉末ガラス、アスペスト、タルク、カーボンブラック、酸化鉄、

## 7

チルビニルシロキシ単位を含むベース樹脂を、相当するクロロシランの加水分解、続く塙基の存在下に於ける平衡、中和、及び揮発分の放散によつて調製した。硅素-水素化物、 $(\text{H}(\text{CH}_3)_2\text{SiO})_2\text{Si}(\text{OEt}_2)_2$  を、同様に相当するクロロシランの加水分解、続く酸平衡、中和及び放散によつて調製した。各々の樹脂に充分な架橋剤を加え、組成物中  $\equiv\text{SiH}=\text{CH}_2$  1 モル当たり 1.0 モルの  $\equiv\text{SiH}$  を得た。白金触媒、 $[(\text{CH}_3)_3\text{P}]_2\text{PtCl}_2$  を、各組成物中 10 ppm 白金を与えるのに充分な量で加えた。

これらの組成物は、粘度の違う液体である。注型後、試料を 100 °C で 16 時間キュアした。樹脂の一部を、熱衝撃試験用試料を調製するために用いた。少々 (11 g) の触媒活性化組成物を 5.08 cm 径アルミニウム皿にいれ、脱気しそして鉛ワッシャーを支える強度を得る点までゲル化した。このワッシャー (2.54 cm - O.D.、1.1 cm - I.D.、0.16 cm 厚さ 及び 6.6 g 重量) は、ゲルを底せた皿の中心に置きそしてワッシャーの完全な複合を与えるために更に 14 g の組成物を皿

二酸化チタン、酸化マグネシウム及び類似のものが含まれる。顔料、染料、固化防止剤及び剝離剤の如き他の添加剤を同様に用いることができる。

このキュア可能な組成物は、被覆、注型又は含浸に通常の方法いすれによつても用いることができる。このシロキサン樹脂(b)、水素-官能性液体(b)及び白金触媒(d)はいずれかの望ましい充填剤及び添加剤と一緒に混合されそしてその得られる混合物は所望の形に成型され、続いて高温、例えば 100-125 °C でキュアされる。ある場合には、物理的性質を改良するために、高温、例えば 200 °C で後キュアすることが望ましい。

この組成物は、電気部品の含浸及び被覆、電気コンダクターの被覆及び金属性及びその基体上の保護コロイドとしての用途に特に有用である。

以下の実施例は例示のためであり、そして特許請求の範囲に示された本発明を限定するものと解されるべきでない。

## 実施例

種々の量のモノフェニルシロキシ単位及びジメ

## 8

に注入した。試料は空気循環浴中 100 °C で 16 時間キュアし、室温まで冷却しそして皿からとり出した。被覆ワッシャーをドライアイス浴中に置くことによつて、キュアした組成物の破壊温度を測定したが、冷却速度は温度計を試料の直接上に置くことによつて追跡した。この破壊温度は、キュアした樹脂中の亀裂の観察について記録した。

種々のキュア組成物の破壊温度を含む物理的性質を第 1 表に示す。

これらのデータは、ベース樹脂の組成物が高強度、硬度及び低破壊温度の組合せを得るために臨界的であることを示す。7.1 モル %  $\text{SiO}_{3/2}$  単位を含む樹脂は、本発明の範囲外であり、そしてこの樹脂は非常に良い熱衝撃抵抗を示すが、この材料は実質的に強度をもたない。

更に比較として、7.5 モル %  $\text{SiO}_{3/2}$  及び 2.5 モル %  $(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2=\text{CHSiO}_{1/2}$  を含有するベース樹脂を他の  $\equiv\text{SiH}$  官能性架橋剤と組合せて用いた。

第一の組成物は、3.5 モル %  $\text{SiO}$ 、5.5 モル %  $(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2=\text{CHSiO}_{1/2}$  の、ペ

ース樹脂中に存在する  $\text{CH}_2=\text{CHSiH}$  1 モル当り 1 モルの  $\equiv \text{SiH}$  を与えるのに充分な水素 - 官能性共重合体を含み、そして組成物中約 1.0 ppm Pt を与えるのに充分な塩素白金酸で触媒活性化された。試料は 150 °C で 16 時間キュアした。キュアした樹脂は非常に高い屈曲強度 (~ 7000 psi) を示したが、しかし 150 °C 液からとり出したときこの熱衝撃試料は亀裂を生じた。 $\phi \text{Si}(\text{OSi}(\text{CH}_3)_2\text{H})_3$  及び  $(\text{H}(\text{CH}_3)_2\text{SiO})_2\text{SiO}\{\text{OSi}(\text{CH}_3)_2\text{H}\}_2$  の混合物

を含有する第二の組成物を同様にして調製した。150 °C で 16 時間キュアした後、この材料は高屈曲強度 (~ 8000 psi) を示したが、しかし再び熱衝撃抵抗は皆無であつたが、即ち破壊温度は 150 °C であつた。

特定のベース樹脂を基礎としそして  $(\text{H}(\text{CH}_3)_2\text{SiO})_2\text{SiO}_2$  架橋剤を含む如き組成物のみが望ましい組合せの物理的性質を有することが明らかである。

合理的修正及び変更は、新規なキュア可能な有

特開 昭51-107350(4)  
機ポリシロキサン組成物に関する本発明の範囲内  
である。

11

表

ベース樹脂の組成	$\text{H}_2\text{Si}(\text{OSi}(\text{CH}_3)_2\text{H})_3$ 7.5 モル % $\phi \text{Si}(\text{OSi}(\text{CH}_3)_2\text{H})_3$ 7.1 モル % $\phi \text{Si}(\text{OSi}(\text{CH}_3)_2\text{H})_3$ 2.5 モル % $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_2$ 2.9 モル % $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_2$
熱活性化組合せの粘度 (c <sub>s</sub> , 25 °C で)	~ 200,000
屈曲強度 (psi)	1,800
硬度 (デュロメーターショアD)	50
屈曲強度 (psi)	419
ダンジエントモジユラス 10.5 (psi)	0.96
破壊温度 (°C)	-45

13

-320-

12

### 5.添付書類の目録

- |          |    |                 |     |
|----------|----|-----------------|-----|
| (1) 願書副本 | 1通 | (4) 委任状及其の証文    | 各1通 |
| (2) 明細書  | 1通 | (5) 領先権認明書及其の証文 | 1通  |
| (3) 要求書  | 1通 | (6) 出願審査請求書     | 1通  |

### 6.前記以外の発明者、特許出願人または代理人

#### (1)発明者

居所 アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド、ノースウォルドロード / 952  
氏名 アラン、エドワード、ミンク



#### (2)代理人

居所 〒100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号  
新大手町ビルディング 331  
電話 (211) 3651 (代表者)  
氏名 浅村肇  
居所 (7204)弁理士 浅村肇  
氏名 寺崎孝一  
居所 (6926)弁理士 寺崎孝一  
氏名 西立人  
居所 (6772)弁理士 西立人



## No title available

**Publication number:** JP52044900U

**Publication date:** 1977-03-30

**Inventor:**

**Applicant:**

**Classification:**

- international: A63B67/06; A63B65/10; A63B67/00; A63H1/00;  
A63B67/06; A63B65/00; A63B67/00; A63H1/00; (IPC1-  
7): A63B65/10; A63H1/00

- European:

**Application number:** JP19750131424U 19750925

**Priority number(s):** JP19750131424U 19750925

[Report a data error here](#)

Abstract not available for JP52044900U

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

## ①日本国特許庁

## ①特許出願公告

## 特許公報

昭52-44900

②Int.Cl<sup>2</sup>:C 08 L 83/04  
C 08 K 5/54

識別記号 ③日本分類

25(1)D 81  
CAF 25(1)A 271

④内整理番号 ⑤公告 昭和52年(1977)11月11日

6779-45  
7436-48

発明の数 1

(全 5 頁)

I

2

⑥キュア可能な有機ポリシロキサン組成物

ル当り約0.9乃至1.1モルの三SiHを与えるのに充分な量で混合物中に存在する)、

⑦特 願 昭51-11200

(e) 白金触媒(三SiHとCH<sub>2</sub>-CHSi三との付加反応を触媒活性化するのに充分な量で存在する)

⑧出願 昭51(1976)2月4日

公開 昭51-107350

の混合物から本質的に成るキュア可能な組成物。

⑨昭51(1976)9月22日

優先権主張 ⑩1975年3月13日 アメリ

カ国⑪558026 本発明は、キュア可能な有機ポリシロキサン組成物に関する。一つの観点では、本発明は改良された被覆用樹脂に関する。

⑫発明者 ダーレル・デュアンヌ・ミソチエル  
アメリカ合衆国ミシガン州ミッド

ランド・レオナード・レーン 置換有機基がメチル、フェニル、ビニル及び/又は他の有機基である有機シロキサン樹脂はよく

304

知られている。これらの樹脂は、種々の機構によつて、例えはビニル基を介する架橋によるか又は

同 アラン・エドワード・ミンク

三SiH基と接着に結合したアルケニル基との白金触媒反応によりキュアされ、使い不融材料を形成する。これらの有機シロキサン樹脂の性質、例

アメリカ合衆国ミシガン州ミッド

えば剛性、高誘電容量、熱分解に対する抵抗性及び高溫における強度保持性が、これらを多くの異

ランド・ノース・ウォルド・ロー

なる用途に有用ならしめている。

1952

或る用途、例えは被覆電気電子及び電気モーター用コイルの被覆は、現在入手できる樹脂の用途としては非常に苛酷な環境を与える。この樹脂は、

⑬出願人 タウ・コーニング・ユー・ボレーション

強韌でなければならず、しかも可挠性でありそし

アメリカ合衆国ミシigan州ミッド

て繰り返し熱衝撃下それらの強度を保持しなければならない。同様に樹脂は、被覆中に泡及び/又は空隙の形成を避けるために、複数分例えは落球

ランド

又は水の蒸発なしにキュアされなければならない。更に感熱性弱電設備は、比較的低温でキュアする

⑭代理人 弁護士 後村皓 外3名

30組成物で被覆する必要がある。

⑮特許請求の範囲

現在入手できるシリコーン樹脂はこれらの性質のあるものは示すが、しかし強度、可挠性、熱衝撃抵抗性及び低温キュアの望ましい組合せを有するものはない。

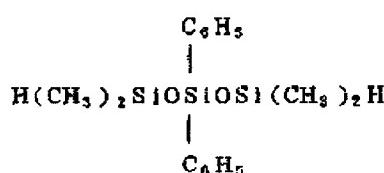
1 (a) 7.5乃至8.5モル% C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>SiO<sub>3</sub>/2 単

35 かくして本発明の一つの目的は、改良されたキュア可能な有機ポリシロキサン組成物を提供することである。

位及び1.5乃至2.5モル% CH<sub>2</sub>=CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiO<sub>1</sub>/2 単位を含む有機ポリシ

ロキサン(該有機ポリシロキサンは分子当たり平均少なくとも8硅素原子を有する)、

(b) 式



の有機ポリシロキサン(該有機ポリシロキサンにはシロキサン(a)中に存在するビニル置換基1モ

(2)

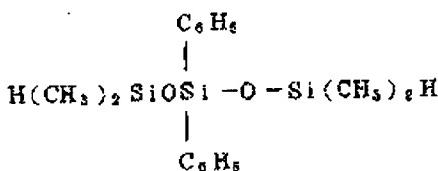
特公 昭 52-44900

3

本発明のもう一つの目的は、低温で容易にキュアされた高熱衝撃抵抗性を有する強い、可挠性被覆を形成する被覆用樹脂を提供することである。

本発明のこれらのそして他の目的は、以下の記述及び特許請求の範囲を考慮すれば当業者に明らかであろう。

本発明に従えば、(a)7.5乃至8.5モル%  
 $C_6H_5SiO_{3/2}$  単位及び1.5乃至2.5モル%  
 $CH_2=CH(CH_3)_2SiO_{1/2}$  単位を含有する有機ポリシロキサン(該有機ポリシロキサンは分子当たり平均少なくとも8硅素原子を有する)、(b)式



の有機ポリシロキサン(該有機ポリシロキサンは、シロキサン中に存在するビニル置換基1モル当たり0.9乃至1.1モルの三SiHを与えるのに充分な量で混合物中に存在する)、及び(c)白金触媒(三SiHと $CH_2=CHSi$ との付加反応を触媒活性化するのに充分な量で存在する)から本質的に成るキュア可能な組成物が提供される。

この組成物に於いては、有機ポリシロキサン(a)がベース樹脂であり、その組成は物理的性質の望ましい組合せを得るために臨界的である。共重合体中の7.5乃至8.5モル%のモノフェニルシロキシ含量及び1.5乃至2.5モル%のジメチルビニルシロキシ含量は、熱衝撃抵抗性を示す高強度可挠性キュア材料を得るのに本質的である。好ましい態様では、共重合体は約7.5モル%  
 $C_6H_5SiO_{3/2}$  単位及び約2.5モル% $CH_2=CH(CH_3)_2SiO_{1/2}$  単位を含有する。このビニル-官能性シロキシ単位は樹脂中架橋点位(site)として作用する。

このベース樹脂は、相当するクロロシラン類の加水分解及び縮合によつて容易に調製される。樹脂(a)の重合度について上限はないが、キュアされた組成物に物理的強度を得るのに分子当たり少なくとも8硅素原子の下限が必要である。この共重合体シロキサン(a)は低粘度液体シロキサン(b)に可溶な固体である。

4

組成物の架橋を与える水素官能性シロキサン(b)は、式



の特定の重合体である。この重合体は剝られた架橋剤(米国特許第2915497号参照)であり、そして上記ベース樹脂と組合せて用いられるときには、ここで記述する物性の等異なる組合せのキュアされた組成物を与える。シロキサン(b)は25℃で約5csの粘度を有しそして樹脂(a)用の希釈剤として作用し25℃で約3000cs、乃至200000csより大きい粘度を有する混合物を与える。キュア可能な組成物中の水素-官能性シロキサン(b)の量は、樹脂(a)の量及び樹脂のビニル含量によつて変るが、しかしすべての場合組成物中のビニル置換基の1モル当たり0.9乃至1.1モルの三SiHを与えるのに充分なシロキサン(b)が存在する。最適架橋効果を得るために、三SiH対ビニル置換基の比は約1:1であることが望ましい。

白金触媒(c)は、白金金属から担体上に沈着された白金、例えばシリカゲル又は粉末活性炭上の塩化白金、白金の塩及び塩化白金酸の範囲のいずれの形であつてもよい。これらの形のいずれのものも本発明のキュア可能な組成物中触媒として作用する。普通入手されるヘキサヒドロアート又は無水酸いそれかとしての塩化白金酸は、シロキサン中のその容易な分散性及びキュア組成物の着色に影響がないために、好ましい触媒である。触媒として有用性を有する別の白金化合物は当業者によく知られている。

(a)、(b)及び(c)の合計重量の100万重量部当たり少なくとも0.1重量部の白金が存在すべきである。しかし、系内の不純物は少量の触媒を簡単に不活性化するので、1乃至20ppmの白金は反応に作用しないが、しかし経済的考慮から上記限界内の使用が示唆される。

本発明のキュア可能な組成物が電気部品の被覆として用いられるときは、その組成物が被覆中に空隙又は泡を形成する揮発分の蒸発なしにキュアすることが望ましい。空隙は、三SiHとしばしばベース樹脂中に存在するSiOHとの反応によつて生ずる。必要なときは、ヒドロキシル含量

(3)

特公 昭52-44900

5

を受容れられる水準に、例えは本発明の好ましい態様に於いて規定される如く1%より少なく済らすために、このベース樹脂(a)はアルカリ縮合触媒、例えは水酸化ナトリウムと反応することができる。

熱安定充填剤を本発明のキュア可能な組成物に5 添加することができる。適した充填剤には、ガラス繊維、微粉シリカ、粉碎した石英、粉末ガラス、アスペスト、タルク、カーボンブラック、酸化鉄、二酸化チタン、酸化マグネシウム及び類似のものが含まれる。顔料、染料、酸化防止剤及よ剝離剤の如き他の添加剤を同様に用いることができる。

このキュア可能な組成物は、被覆、注型又は含浸に通常の方法いずれによつても用いることができる。このシロキサン樹脂(a)、水素官能性液体(b)及び白金触媒(c)はいすれかの望ましい充填剤及び添加剤と一緒に混合されそしてその得られる混合物は所望の形に成型され、続いて高溫、例えは100~125°Cでキュアされる。ある場合には物理的性質を改良するために、高温、例えは200°Cで後キュアすることが望ましい。

この組成物は、電気部品の含浸及び被覆、電気コンダクターの被覆及び金属及びその基体上の保護コロイドとしての用途に特に有用である。

以下の実施例は例示のためであり、そして特許請求の範囲に示された本発明を限定するものと解されるべきでない。

#### 実施例

種々の量のモノエニルシロキシ単位及びジメチルビニルシロキシ単位を含むベース樹脂を、相

6

当するクロロシランの加水分解、続く塩基の存在下に於ける平衡、中和、及び揮発分の放散によつて調製した。硅素一水素化物

$(H(CH_3)_2SiO)_2Si(C_6H_5)_2$ を、同様に相当するクロロシランの加水分解、続く酸平衡、中和及び放散によつて調製した。各々の樹脂に充分な架橋剤を加え、組成物中  $\equiv Si-CH=CH_2$  1モル当り 1.0 モルの  $\equiv SiH$  を得た。白金触媒、 $(CH_3)_2P\text{tCl}_2$  を、各組成物中 1.0 ppm 白金を与えるのに充分な量で加えた。

これらの組成物は、粘度の違う液体である。注型後、試料を 100°C で 16 時間キュアした。樹脂の一部を、熱衝撃試験用試料を調製するため用いた。少量(1.1g)の触媒活性化組成物を 15 5.08 cm<sup>2</sup> アルミニウム皿にいれ、脱気そして網ワッシャーを支える強度を得る点までゲル化した。このワッシャー(2.54 cm-O.D., 1.1 cm-I.D., 0.16 cm 厚さ及び 6.6 g 重量)は、ゲルを載せた皿の中心に置きそしてワッシャーの完

20 全な覆いを与えるために更に 1.4 g の組成物を皿に注入した。試料は空気循環炉中 100°C で 16 時間キュアし、室温まで冷却しそして皿からとり出した。被覆ワッシャーをドライアイス浴中に置くことによつて、キュアした組成物の破壊温度を測定したが、冷却速度は温度計を試料の直接上に置くことによつて追跡した。この破壊温度は、キュアした樹脂中の亀裂の観察について記録した。

種々のキュア組成物の破壊温度を含む物理的性質を第 1 表に示す。

第 I 表

ベース樹脂の組成	82モル% SiO <sub>3</sub> /2 18モル% (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> V <sub>1</sub> SiO <sub>1</sub> /2	75モル% SiO <sub>3</sub> /2 25モル% (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> V <sub>1</sub> SiO <sub>1</sub> /2	71モル% SiO <sub>3</sub> /2 29モル% (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> V <sub>1</sub> SiO <sub>1</sub> /2
触媒活性化混合物の粘度 (cs. 25°Cで)	~200000	3300	1800
硬 度 (デュロメーターショアD)	70	65	50
屈曲強度 (psi)	4825	4273	419
ダンジエントモジュラス 10 <sup>5</sup> (psi)	1.24	0.96	0.019
破壊温度 (°C)	-30	-45	-57

(4)

特公 第52-44900

7

8

(5)

特公 昭52-14900

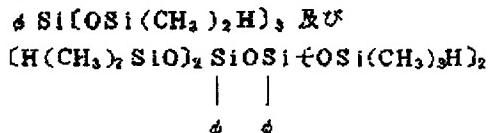
9

これらのデータは、ベース樹脂の組成物が高強度、硬度及び低破壊温度の組合せを得るために臨界的であることを示す。7.1モル%の $\text{SiO}_{3/2}$ 単位を含む樹脂は、本発明の範囲外であり、そしてこの樹脂は非常に良い熱衝撃抵抗を示すが、この材料は実質的に強度をもたない。

更に比較として、7.5モル%の $\text{SiO}_{3/2}$ 及び2.5モル% $(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2-\text{CHSiO}_{1/2}$ を含有するベース樹脂を他の $\equiv\text{SiH}$ 官能性架橋剤と組合せて用いた。第一の組成物は、3.5モル%の $\text{SiO}$ 、5.5モル% $(\text{CH}_3)\text{HSiO}$ 及び1.0モル% $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$ の、ベース樹脂中に存在する $\text{CH}_2-\text{CHSi}$ （1モル当たり1モルの $\equiv\text{SiH}$ を与えるのに充分な水素一官能性共重合体を含み、そして組成物中約1.0 ppm Ptを与えるのに充分な塩素白金で触媒活性化された。試料は150℃で16時間キュアした。キュアした樹脂は非常に高い屈曲強度（～700 psi）

10

を示したが、しかし150℃で溶からとり出したときこの熱衝撃試料は亀裂を生じた。



の混合物を含有する第二の組成物を同様にして調製した。150℃で16時間キュアした後、この材料は高屈曲強度（～800 psi）を示したが、しかし再び熱衝撃抵抗は皆無であったが、却ち破壊温度は150℃であつた。

特定のベース樹脂を基礎としそして $(\text{H(CH}_3)_2\text{SiO})\text{SiO}_2$ 架橋剤を含む如き組成物のみが望ましい組合せの物理的性質を有することが明らかである。

合理的修正及び変更は、新規なキュア可能を有機ポリシロキサン組成物に関する本発明の範囲内である。